

David T. Nikaido, Esq.
February 5, 2002

Japanese Unexamined Patent Application, First Publication
(Kokai), No. Sho 50-92899, published on July 24, 1975

11017 U.S. PTO
10/068856
02/11/02

Concise Explanation of Relevance:

A process of carburizing a precursor, which is obtained by drying a mixture of an ammonium paratungstate and a cobalt salt, with a gas to obtain a composite powder of tungsten carbide and cobalt is suggested.



特 許

願 (Z1)

前記号なし
後記号なし

昭和 48.12.21 日

特許庁長官殿

1. 発明の名称

コバルト含有炭化タングステン用原料粉末の製造方法

2. 発明者

株式会社東京芝浦電気
横浜市中区新杉田町8
東京芝浦電気株式会社横浜工場内

3. 特許出願人

(307)

神奈川県横浜市都筑区堀川町72番地
東京芝浦電気株式会社

代表者 玉 置 敬 三

4. 代理人

(6628)

〒105
東京都港区芝西久保明和町16番地
東京芝浦電気株式会社虎ノ門分室内
電話 503-7111 (大代表)

弁理士 富 岡

章 (ほか1名)



方式審査

① 日本国特許庁
公開特許公報

①特開昭 50-92899

④公開日 昭50.(1975) 7.24

②特願昭 48-142380

②出願日 昭48.(1973) 12.21

審査請求 有 (全4頁)

庁内整理番号

7141 41

6691 41

6222 42

⑤日本分類

15 N22

2 D(3) C01

10. A602

⑥ Int. Cl?

C01B 31/34

B22F 1/00

明 細 書

1. 発明の名称 コバルト含有炭化タングステン用原料粉末の製造方法

2. 特許請求の範囲

タングステン酸アンモン水溶液と塩化コバルト水溶液をスプレードライヤーによつて分散混合させて乾燥し、混合粉末状にて得ることを特徴とするコバルト含有炭化タングステン用の原料粉末の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

この発明はコバルト塩又はコバルト酸化物あるいはこれらの混合物などの形状にて微細に分散混合されかつコバルトとしての添加含有量が精度良く得られるタングステン酸化物粉末、又はパラタングステン酸アンモニウム塩粉末あるいはこれらの混合粉末の製造方法に係り、とくにコバルト含有炭化タングステン用として好適な原料粉末の製造方法に関する。

コバルト塩を含むタングステン粉末の製造方法としてはタングステン酸アンモン溶液 (NH₄)₂WO₄

にコバルト塩を添加し蒸発濃縮して共沈させる溶液ドープ法があるが、添加精度が悪く、生成された粉末は粗いため微細なWC粉末を得ることは難かしく、微細なWC粉末用原料は次のような方法によつて製造される。先ず蒸発皿に原料を入れコバルト塩を添加し混合乾燥する方法およびらいかい機で攪拌しながら添加乾燥する方法が採用される。しかしこれらの方法では次のような欠点が生じる。

- (1) 塊りができやすく、これを粉砕しなければならず工程が複雑化する
- (2) 混合のしかたが悪いとコバルトに偏析が生じる。
- (3) 容器への付着が多い。
- (4) 乾燥時に塊りができるので粉末中の水分を一定にできない。
- (5) 混合、乾燥に長時間を要し、少量しかできなく、皿ごとにてできる粉末の組成(コバルト塩の分解の進み具合や水分)の変化があるのでまてて混合しなければならない。

J1017 U.S. PTO
10/068856
02/11/02

(イ) 不純物が混入しやすい。

(ロ) コバルトの偏析や粉末の塊りがあると、炭化の際に均一に炭化できなく、遊離炭素が多くなるので合金特性が悪くなる。

この発明は上記の欠点を除去し、コバルトの含有精度がよく粒子が微細かつ流動性のよいコバルト含有炭化タングステン (WC + Co) 用原料粉末を提供するものである。

即ちこの発明はスプレードライヤを用いてタングステン酸アンモン水溶液とコバルト塩水溶液との混合液を高速で噴霧させコバルト塩又はコバルト酸化物又はこれらの混合物を微細に分散させ精度よく、パラタングステン酸アンモニウム塩又はタングステン酸化物又はこれらの混合物中に添加混合して粉末状に形成し、WC + Co 用の原料粉末として適用するものであつて、このようにしてできた粉末には次のような利点がある。

(1) コバルトの分散性が良いので分散を均一にするための混合の必要がなく安定した炭化条件が得られる。

(ロ) コバルト添加の精度即ち含有精度の高い粉末となる。

(イ) 噴霧状で乾燥された粉末であるので塊りにならず流動性が良く、従つて作業性が向上する。

(ロ) 乾燥条件を適当にすることによつて、できる粉末の粒度を調整することができる。

(ロ) 粉末中の水分の均一なものを連続的に多量に作れるので安定した状態で炭化ができ、均一な WC + Co 粉末を得ることができる。

(イ) 炭化混合時の容器への付着量が少ない。

(ロ) 一定の条件で乾燥されるので粉末の組成のパラッキが少ない。

以上のようにこの発明による WC + Co 用原料粉末は多くの特徴を有するものであるが、以下に更に具体的な実施例に従つて説明する。

実施例 1

WO₃濃度 3431g/l のタングステン酸アンモン水溶液 100 l と Co 濃度 36.9g/l の塩化コバルト水溶液 50 l とを用意し、これら両液をスプレードライヤを用いて下記の条件にてつきあわせて落

第 1 表

従来法 (下記の場所より試料を採取した)			
容器への付着物	塊りになつたもの	200メッシュ通過物	混合した物
5.22%	4.12%	4.40%	4.35%
本願 (粉末中からランダムに試料を採取した)			
№ 1	№ 2	№ 3	№ 4
4.34%	4.32%	4.38%	4.36%

この結果からこの発明の原料粉末は従来のものに比較して非常にコバルトのパラッキの少ない粉末であることがわかる。また従来のは直径約 5.0 mm などの大きな粒があり粒度性が悪かつたがこれに対しこの提案のものは全体的に直径 1 mm 程度で軟い粒のものが得られる。また従来のは 1 時間混合した場合ほとんど壁に付着し、混合後に 30 メッシュ (約 500 μm) で篩うと粉砕されない塊りが残るので炭素が均一に混合しにくいのであるが、この提案のものは 2 時間混合しても壁への付着はほとんどなく、炭素混合が充分良好に

下混合し乾燥した。

スプレードライヤ使用条件

液の落下流量 : 300 cc/min

熱風温度 : 400°C

熱風圧力 : 2 Kgf/cm²

アトマイザー回転数 : 21000 r.p.m

このようにして得られた混合粉末においてはパラタングステン酸塩、コバルト塩、タングステン酸化物およびコバルト酸化物などが混在しており、コバルト塩粉末およびコバルト酸化物粉末がパラタングステン酸塩粉末およびタングステン酸化物粉末中に均一に分散混合されており後に述べるように WC + Co 用の原料粉末として好ましいものであつた。この原料粉末と従来法にて得た粉末の Co の偏析状態を調べたところ第 1 表のようになった。(表中の % は重量 % である。)

行われる。

また炭化後のWC + Co粉末の特性について本願の粉末とを対比して示すと第2表のようになる。

第 2 表

	No.1 WC + Co 粉末		No.2 WC + Co 粉末	
	全炭素量	遊離炭素量	全炭素量	遊離炭素量
従 来	5.83%	0.14%	5.32%	0.005%
本 願	5.97%	0.04%	5.99%	0.05%

この表から明らかなように本願は原料粉末組成が安定しているためバラツキの少ないWC + Co粉末が得られる。

実施例 2.

WO₃濃度 343.1g/l のタングステン酸アンモン水溶液と、Co濃度 36.9g/l の塩化コバルト水溶液50 l をスプレードライヤを用いて混合分散させ乾燥し混合粉末を得た。

なおスプレードライヤの使用条件は熱風温度以外の条件については実施例 1 と同様とし、熱風温度については 300°C の場合と 700°C の場合と

Co % は大となる。

そして本発明方法においてはこのような生成する組成物の割合が異なつていても何ら係りはなく、タングステン化合物粉末とコバルト化合物粉末が均一に分散し、微細でかつ流動性の良い粉末状にて得られる。

したがって以後の炭化処理が良好に行えるので、WC + Co 用の原料粉末として非常に好ましいものと言える。

以上述べたようにこの発明はコバルト塩又はコバルト酸化物又はこれらの混合物の含有精度がよく炭化条件が安定で且つ均一な原料を多量に提供することができる。

代理人弁理士 富岡 章 (ほか1名)

を行つた。

このように熱風温度を変化させたときに得られた混合粉末中のCoの偏析状態を調べたところ第3表の如くなつた。

第 3 表

試料は粉末中よりランダムに採取した				
熱風条件	No.1	No.2	No.3	No.4
300°C	4.01%	3.99%	4.00%	4.04%
700°C	4.82%	4.87%	4.86%	4.83%

以上の結果からも明らかなように熱風温度を変化させた場合にも得られた混合粉末中のCoは非常に均一に分散されていることが解る。

なお熱風条件によつて粉末中のCo量が異なつてゐるのは生成した粉末の分解の進み具合によつて主として得られる生成物が異なるためであり、前記 300°C の場合にはパラタングステン酸アンモニウム塩に近い組成であるのでCo % は少くなり、また 700°C の場合にはWO₃に近い組成となるので

5. 添付書類の目録

(1) 委任状	1 通
(2) 明細書	1 通
(3) 図 面	1 通
(4) 願書副本	1 通
(5) 出願審査請求書	1 通

1 行割附

6. 前記以外の発明者、特許出願人または代理人

(1) 発明者

代 理 人

東京都港区芝西久保明角町 16 番地
東京芝浦電気株式会社虎ノ門分室内

(7317) 弁理士 則 近 憲 佑

手続補正書

昭和 49. 3. 18 年 月 日

特許庁長官 斎藤英雄殿

1. 事件の表示

特願昭 48-142380号

2. 発明の名称

コバルト含有炭化タングステン用原料粉末の製造方法

3. 補正をする者

事件との関係特許出願人

川崎市幸区堀川町72番地

(307) 東京芝浦電気株式会社

代表者 玉置敬三

4. 代理人

東京都港区芝西久保明舟町16番地

東京芝浦電気株式会社虎ノ門分室内

(6628) 弁理士 富岡 章

5. 補正の対象

1. 明細書の特許請求の範囲の欄

6. 補正の内容

49. 3. 18

特開 昭50-92899 (4)

本願明細書の特許請求の範囲全文を下記のように訂正する。

「2. 特許請求の範囲

タングステン酸アンモン水溶液とコバルト塩水溶液との混合液を噴霧状にて分散混合しながら乾燥させることを特徴とするコバルト含有炭化タングステン用原料粉末の製造方法。」

以上